

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-178652

(43)Date of publication of application : 25.06.1992

(51)Int.Cl.

G03G 5/07  
C08G 77/60  
C08L 83/16  
C09D183/16

(21)Application number : 02-306118

(71)Applicant : CANON INC

(22)Date of filing : 14.11.1990

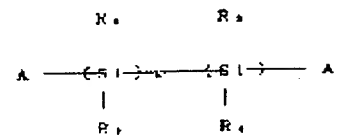
(72)Inventor : KAWAMORITA YOUICHI  
TANAKA HISAMI

## (54) ELECTROPHOTOGRAPHIC SENSITIVE BODY WITH PHOTSENSITIVE LAYER CONTAINING POLYSILANE COMPOUND

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain a sensitive body having superior electrophotographic characteristics durability and repetitive characteristics by forming a photosensitive layer contg. a polysilane compd. represented by a specified formula and a high molecular resinous compd. having a specified dissolution parameter d.

**CONSTITUTION:** A photosensitive layer contg. a polysilane compd. represented by the formula and a high molecular resinous compd. having 8.0-10.0 dissolution parameter d is formed to obtain a sensitive body. In the formula, R1 is 1 or 2C alkyl, R2 is 3-8C alkyl, cycloalkyl, etc., R3 is 1-4C alkyl, R4 is 1-4C alkyl, each of A and A' is 4-12C alkyl, cycloalkyl, etc., (n) and (m) show the molar ratio between monomers in the polymer,  $n+m=1$ ,  $0 < n \leq 1$  and  $0 \leq m < 1$ . The high molecular resinous compd. may be polystyrene, polymethyl methacrylate or a mixture of two or more kinds of such polymers.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the  
examiner's decision of rejection or application  
converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of  
rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision  
of rejection]

## BEST AVAILABLE COPY

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑬ 日本国特許庁(JP)

⑭ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平4-178652

⑮ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑯ 公開 平成4年(1992)6月25日

G 03 G 5/07  
C 08 G 77/60  
C 08 L 83/16  
C 09 D 183/16

1 0 3  
NUM  
LRM  
PMU

8305-2H  
6939-4 J  
6939-4 J  
6939-4 J

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全10頁)

⑰ 発明の名称 ポリシラン化合物を含有する感光層を有する電子写真感光体

⑱ 特 願 平2-306118

⑲ 出 願 平2(1990)11月14日

⑳ 発 明 者 川 守 田 陽 一 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
㉑ 発 明 者 田 中 久 巳 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
㉒ 出 願 人 キヤノン株式会社 東京都大田区下丸子3丁目30番2号  
㉓ 代 理 人 弁理士 荻上 豊規

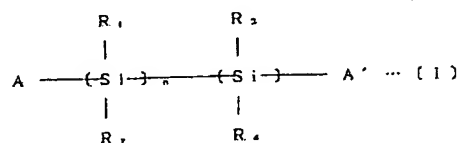
明 細 書

1. 発明の名称

ポリシラン化合物を含有する感光層を有する電子写真感光体

2. 特許請求の範囲

- (1) 導電性支持体上に感光層を有する電子写真感光体において感光層が下記的一般式(1)で表されるポリシラン化合物及び溶解パラメータ $\delta$ の値が8.0乃至10.0である高分子樹脂化合物を含有することを特徴とする電子写真感光体。



(但し、式中、 $R_1$ は炭素数1又は2のアルキル基、 $R_2$ は炭素数3乃至8のアルキル基、シクロアルキル基、アリール基又はアラルキル基、 $R_3$ は炭素数1乃至4のアルキル基、 $R_4$ は炭素数1乃至4のアルキル基をそれぞれ示す。A、

A'は、それぞれ炭素数4乃至12のアルキル基、シクロアルキル基、アリール基又はアラルキル基であり、両者は同じであっても或いは異なってもよい。 $n$ と $m$ は、ポリマー中の総モノマーに対するそれぞれのモノマー数の割合を示すモル比であり、 $n+m=1$ となり、 $0 < n \leq 1$ 、 $0 \leq m < 1$ である。)

- (2) 前記溶解パラメータ $\delta$ の値が8.0乃至10.0である高分子樹脂化合物がポリスチレン又はポリメタクリル酸メチル又はポリ酢酸ビニル又はポリカーボネートのうち1種乃至2種以上の混合系であることを特徴とした請求項(1)記載の電子写真感光体。

- (3) 感光層が積層型であって、ポリシラン含有層中のポリシラン比率が20乃至80%である請求項(1)記載の電子写真感光体。

- (4) 感光層が単層型であってポリシラン含有層中のポリシラン比率が15乃至70%である請求項(1)記載の電子写真感光体。

3. 発明の詳細な説明

## 〔発明の属する技術分野〕

本発明は、電子写真感光体に関し、詳しくは改善された電子写真特性を与える、ポリシラン化合物の有機光導電体を有する電子写真感光体に関するものである。

## 〔従来技術の説明〕

従来、電子写真感光体で用いる光導電材料として、ポリビニルカルbazールをはじめとする各種の有機光導電性ポリマーが提案されてきたが、これらのポリマーは、無機系光導電材料に比べ成膜性、軽量性等の点で優れているにもかかわらず、今日までその実用化が困難であったのは、未だ十分な成膜性が得られておらず、また感度、耐久性及び環境変化による安定性の点で無機系光導電材料に比べ劣っているためであった。また、米国特許第4,150,987号明細書等に関連のヒドラゾン化合物、米国特許第3,837,851号明細書等に記載のトリアリアルピラゾリン化合物、特開昭51-94828号公報、特開昭51-94829号公報等に記載されている9-スチリ

されるようになった。しかし、このような電子写真感光体への適用のためには、ポリシラン化合物は溶剤可溶性でフィルム形成能があるだけでなく、微細な欠陥のないフィルム形成、均質性の高いフィルム形成のできる必要がある。電子写真感光体においては微細な欠陥も許されないため、置換基についても構造の明確でフィルム形成に異常を発生させない高品位のポリシラン化合物を要求されている。

従来からポリシラン化合物の合成研究は種々の報告があるが、電子写真感光体に用いるにはまだ問題点を残している。低分子量のポリシラン化合物では全てのSi基に有機基が置換した構造のものが報告されている(ザ・ジャーナル・オブ・アメリカン・ケミカル・ソサエティー(Journal of American Chemical Society), 94, (11), 3806 pp (1972)、特公昭63-38033号公報)。

前者の刊行物に記載のものはジメチルシランの末端基にメチル基を置換した構造であり、後者の

ルアントラセン化合物等の低分子の有機光導電体が提案されている。このような低分子の有機光導電体は、使用するバインダーを適宜に選択することによって、有機光導電性ポリマーの分野で問題となっていた成膜性の欠点を解消できるようになったが、感度の点で十分なものとはいえない。

近年、これらの問題を解決するためポリシラン化合物の使用について検討が行われている。

ところで、ポリシランは溶剤不溶のものと報告され(ザ・ジャーナル・オブ・アメリカン・ケミカル・ソサエティー, 125, 2291 pp (1924))、その後、ポリシランが溶剤可溶性であり、フィルム形成が容易であることが報告され(ザ・ジャーナル・オブ・アメリカン・セラミック・ソサエティー, 61, 504 pp (1978))、注目を集めるようになった。

また、ポリシランは主鎖のσ-結合によって電荷の移動が可能な光半導体の特性を持ち(フィジカル・レビュー・B, 35, 2818 pp (1987))、電子写真感光体への応用も期待

刊行物に記載のものはジメチルシランの末端基にアルコキシ基を置換した構造であるが、いずれも重合度が2~6であり、高分子の特徴を示さない。つまり、低分子量のためにそのままではフィルム形成能がなく、産業上の利用は難しい。高分子量のポリシラン化合物で全てのSi基に有機基を置換した構造のものが最近報告されている(日経ニューマテリアル, 8月15日号, 46ページ(1988))。しかし特殊な反応中間体を經由するため、合成収率の低下が予想され工業的な大量生産は困難である。

また、ポリシラン化合物の合成方法がザ・ジャーナル・オブ・オルガノメタリック・ケミストリー, 198 pp, C27 (1980)又はザ・ジャーナル・オブ・ポリマー・サイエンス、ポリマー・ケミストリー・エディション, Vol. 22, 159-170 pp (1984)により報告されている。しかし、報告されているいずれの合成方法もポリシラン主鎖の縮合反応のみで、末端基については全く言及はない。そしていずれの合成方

法の場合も未反応のクロル基や副反応による副生物の生成があり、所望のポリシラン化合物を定量的に得るのは困難である。

前記のポリシラン化合物を光導電体として使用する例も、報告されているが（米国特許第4,618,551号明細書、米国特許第4,772,525号明細書、特開昭62-269964号公報）、未反応のクロル基や副反応による副生物の影響が推測される。

米国特許第4,618,551号明細書では、前記のポリシラン化合物を電子写真感光体として用いているが、一般の複写機では表面電位の絶対値が500~800Vで良いのに、異常に高い表面電位-1000Vを用いている。これは通常の電位ではポリシランの構造欠陥により電子写真感光体に欠陥を生じ、画像上の斑点状の異常現象を消失させるためと考えられる。また、特開昭62-269964号公報では前記のポリシラン化合物を用いて電子写真感光体を作製し、光感度を測定しているが、光感度が遅く、従来知られているセ

レン感光体や有機感光体に比べ何の利点も持たない。

また、これらポリシランの膜質は可溶性、耐摩耗性に劣り、電子写真感光体として用いた場合、耐久性が著しく劣るものであった。

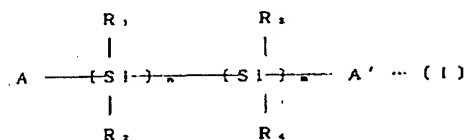
このような電子材料に利用するためには、まだ数多くの問題点を残し、産業上に利用できるポリシラン有機光導電体は未だ提供されていないのが実状である。

#### (発明の目的)

本発明の目的は、前述の問題点を解決し、電子写真特性及び耐久性、繰返し特性に優れた電子写真感光体を提供することにある。

#### (発明の構成・効果)

本発明の目的は、導電性支持体上に感光層を有する電子写真感光体において前記感光層を、下記の一形式(I)で表されるポリシラン化合物及び溶解パラメーター $\delta$ の値が8.0乃至10.0である高分子樹脂化合物を含有した層で構成することによって達成される。



(但し、式中、 $R_1$ は炭素数1又は2のアルキル基、 $R_2$ は炭素数3乃至8のアルキル基、シクロアルキル基、アリール基又はアラルキル基、 $R_3$ は炭素数1乃至4のアルキル基、 $R_4$ は炭素数1乃至4のアルキル基をそれぞれ示す。A、A'は、それぞれ炭素数4乃至12のアルキル基、シクロアルキル基、アリール基又はアラルキル基であり、両者は同じであっても或いは異なってもよい。 $n$ と $m$ は、ポリマー中の総モノマーに対するそれぞれのモノマー数の割合を示すモル比であり、 $n+m=1$ となり、 $0 < n \leq 1$ 、 $0 \leq m < 1$ である。]

従来知られているポリシランは、ジクロロシランモノマーからN<sub>2</sub>触媒を用いてハロゲン脱離を行ってポリマーを合成することにより得られるものであるため、末端にはハロゲン残基が残っている。

る。ポリシランの末端がハロゲン基であると感光体中の電荷移動のトラップとなり、残留電位の原因となる。繰返し帯電及び露光を行った際には残留電位が増加し、明部電位が増加してしまい、耐久性が悪いことが解明された。さらに末端にC≡基が残っていると、水分等により分解されてHC≡ガスを発生し、感光体中では基板の導電部分を腐食するため、導通不良による画像欠陥が発生する。

本発明者らは、ポリシランの末端基をアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、アラルキル基で遮へいすることにより、高感度、高耐久の電子写真感光体を形成できることを見出した。この点については次のように考えられる。即ち、ポリシランの末端基に活性なC≡基が残存していると、感光体として露光した際に、発生したキャリア電荷がC≡基にトラップされ、残留電位が発生する。このため、ポリシランの末端基にC≡基をなくし、有機の置換基で遮へいすることで、感光体中のトラップを減少させ、露光時の残留電位を著しく減

小さくすることができる。また、繰り返し帯電及び露光を行っても電位が安定である。

しかし、これらのポリシランの膜は可溶性、耐摩耗性が不十分であり、現像剤、紙、クリーニング部材との接触のある電子写真感光体に用いた場合、ポリシラン単独膜では耐久性が不十分となる。そこで鋭意検討の結果、ポリシランの溶解パラメーター $\delta$ の値と同様な値の溶解パラメーターを有する高分子樹脂が、良く前記ポリシランと相溶し、且つ、相溶した膜を電子写真感光体として用いた場合、優れた電子写真特性と十分な耐久性を兼ね備えていることを見出した。

なお、上記「溶解パラメーター $\delta$ 」は、原崎勇次著「コーティングの基礎科学」第54頁乃至57頁(1977年横書店発行)に記載のFedorsの計算式により求められる。

詳しくは、ポリシランの前記溶解パラメーター $\delta$ の値は、8乃至10の範囲に集中するところ、こうしたポリシランは、同様な値を有する高分子樹脂化合物の多くと相溶し、フィルムを形成する

発生物質としては、セレンテール、ビリリウム、チオビリリウム系染料、フタロシアニン系顔料、アントアントロン顔料、ジベンズピレンキノロン顔料、ピラントロン顔料、トリスアゾ顔料、ジスアゾ顔料、アゾ顔料、インジゴ顔料、キナクリドン系顔料、非対称キノシアニン、キノシアニン等を用いることができる。

電荷発生物質を分散するバインダー樹脂としては、広範な絶縁性樹脂あるいは有機光導電性ポリマーから選択されるが、ポリビニルブチラール、ポリビニルベンゼン、ポリアリレート、ポリカーボネート、ポリエステル、フェノキシ樹脂、セルロース系樹脂、アクリル樹脂、ポリウレタン及びポリシラン化合物等が好ましく、その使用量は電荷発生層中の含有率で80重量%以下、好ましくは40重量%以下である。

また使用する溶剤は前記の樹脂を溶解し、後述の電荷輸送層や下引層を溶解しないものから選択することが好ましい。

具体的には、テトラヒドロフラン、1, 4-ジ

ことが可能となる。これらの樹脂は、ポリスチレン、ポリメタクリル酸メチル、ポリ酢酸ビニル、ポリカーボネート等で、いずれも溶解パラメーター $\delta$ の値が8乃至10の範囲のものである。これらの樹脂は場合によっては2種以上混合されても良く、さらに種類もこれらに限られるものではない。これらポリシラン及び特定の溶解パラメーター $\delta$ の値を有する樹脂を溶解する溶剤は、上記溶解パラメーターより、トルエン、ベンゼン、キシレン等の芳香族系、ジクロロメタン、ジクロロエタン、クロロホルム、四塩化炭素等のハロゲン化炭化水素系、そのテトラヒドロフラン、ジオキサン等が用いられる。

本発明の電子写真感光体の層構成は、積層型感光体又は単層型感光体のいずれでも良い。

積層型感光体は、少なくとも電荷発生層と電荷輸送層とから成る。この場合の電荷発生層は、電荷発生物質を蒸着するか、あるいは電荷発生物質をバインダー樹脂中に分散し、得られた分散液を塗布し、乾燥することにより形成される。該電荷

オキサン等のエーテル類、シクロヘキサノン、メチルエチルケトン等のケトン類、N, N-ジメチルホルムアミド等のアミド類、酢酸メチル、酢酸エチル等のエステル類、トルエン、キシレン、クロロベンゼン等の芳香族類、メタノール、エタノール、2-プロパノール等のアルコール類、クロロホルム、塩化メチレン、ジクロロエチレン、四塩化炭素、トリクロロエチレン等の脂肪族ハロゲン化炭化水素類等挙げられる。

電荷発生層は、前記の電荷発生物質を0.3~4倍量のバインダー樹脂、及び溶剤と共に、ホモジナイザー、超音波、ボールミル、振動ボールミル、サンドミル、アトライター、ローミル等の方法でよく分散し、塗布-乾燥されて形成される。その厚みは0.1~1 $\mu$ 程度である。

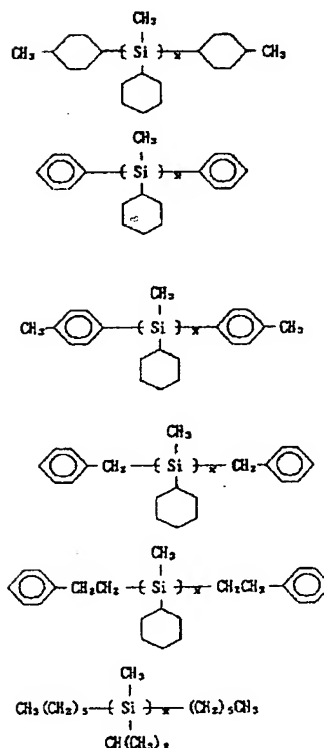
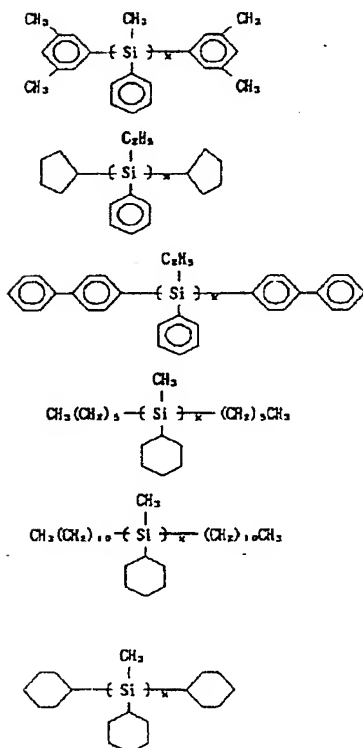
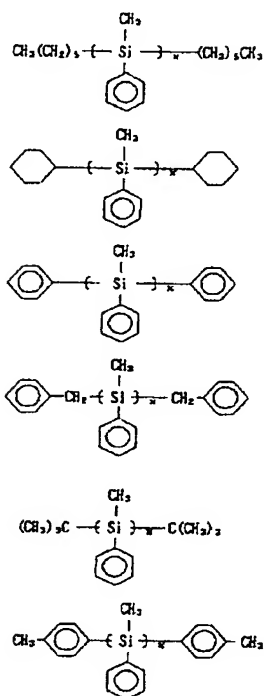
塗工は、浸漬コーティング法、スプレーコーティング法、スピンナーコーティング法、ビードコーティング法、ワイヤーバーコーティング法、ブレードコーティング法、ローラーコーティング法、カーテンコーティング法等のコーティング法を用

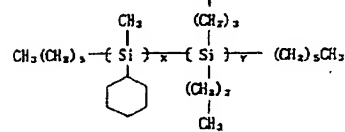
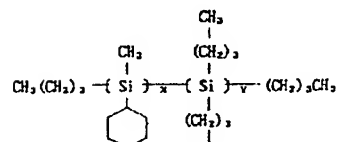
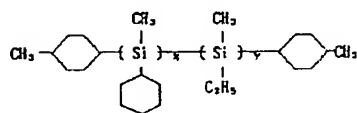
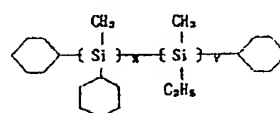
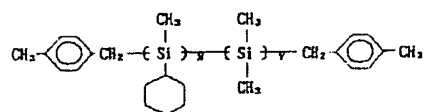
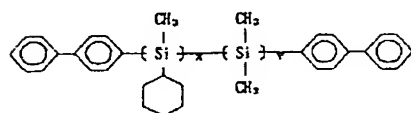
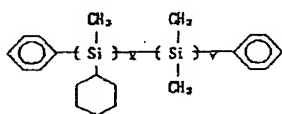
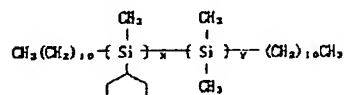
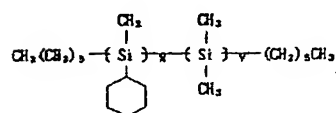
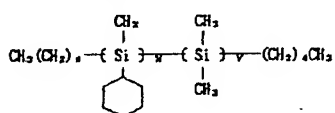
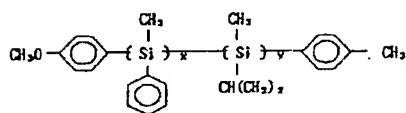
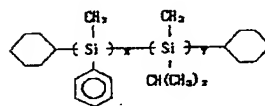
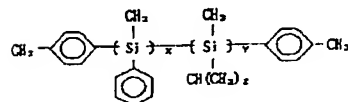
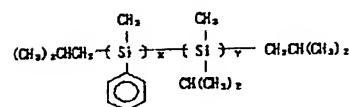
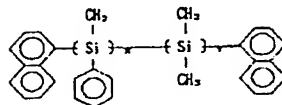
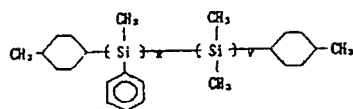
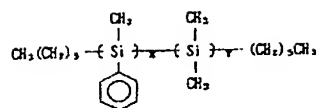
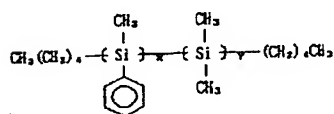
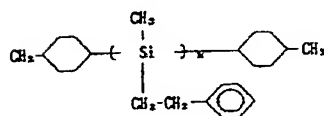
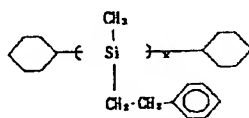
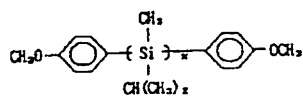
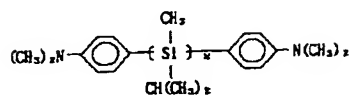
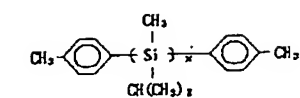
いて行うことができる。乾燥は、室温における指触乾燥後、加熱乾燥する方法が好ましい。加熱乾燥は、30～200℃で5分～2時間の範囲の時間で静止又は送風下で行うことができる。

前記電荷輸送層は、上述した特定のポリシラン化合物、及び溶解パラメーター $\delta$ の値が8.0乃至10.0である高分子樹脂化合物より成る。使用される該ポリシラン化合物としては、例えば次にあげるものが挙げられる。

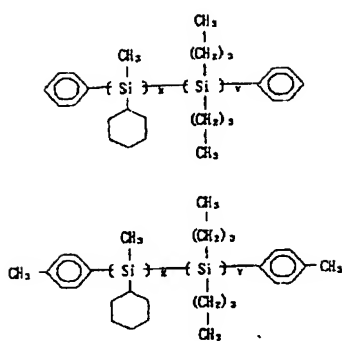
(以下余白)

ポリシラン化合物の例









注) : 上記構造式中の X と Y は、いずれも単量体重合単位を示す。そして n は、 $X / (X + Y)$ 、また m は、 $Y / (X + Y)$  の計算式によりそれぞれ求められる。

物に分散させ、得られる分散液を塗布、乾燥して形成される。前記分散液の各物質の混合比率は、電荷発生物質 1 ~ 10 重量部に対し、ポリシラン化合物 3 ~ 7 重量部、高分子樹脂化合物 3 ~ 7 重量部が好ましい。単層型感光体は、以下のようして得られる。

まず、電荷発生物質を有機溶剤及び高分子樹脂化合物と共に、ボールミル、サンドミル、アトライター等の分散機を用いて分散する。

次いで、ポリシラン化合物、及び必要に応じて有機溶剤を加え、電荷発生物質分散ポリシラン溶液を作成する。この溶液を基体上に塗布、乾燥し、単層型感光体を得る。この場合の膜厚は  $5 \mu\text{m}$  乃至  $35 \mu\text{m}$  であるのが好ましい。

本発明において使用する導電性支持体としては、例えば、アルミニウム、アルミニウム合金、銅、亜鉛、ステンレス、チタン、ニッケル、インジウム、金や白金等が用いられる。またこうした金属あるいは合金を、真空蒸着法によって被膜形成したプラスチック（例えば、ポリエチレン、ポリブ

また、高分子樹脂化合物としては、ポリスチレン、ポリメタクリル酸メチル、ポリ酢酸ビニル、ポリカーボネート等が挙げられる。ポリシラン化合物と高分子樹脂化合物の混合比率は、ポリシラン比率が 20 % 乃至 80 % が好ましい。ポリシラン化合物の比率が 20 % 以下であると電荷輸送機能が不十分となり、80 % を超えると耐摩耗性が不十分となる。さらに好ましいポリシラン化合物の比率は、40 % 乃至 70 % である。

ポリシラン化合物及び前記高分子樹脂化合物を溶解させる溶媒としては、ベンゼン、トルエン、キシレン、ジクロロメタン、ジクロロエタン、クロロホルム、四塩化炭素、テトラヒドロフラン、ジオキサン等が用いられる。得られる液体を使用して電荷輸送層を形成するについての塗布方法は、上述の電荷発生層形成の場合と同様の手段が採用できる。電荷輸送層の膜厚は、好ましくは  $5 \mu\text{m}$  乃至  $35 \mu\text{m}$  である。

単層型感光体の場合、前述の電荷発生物質を同じく上述のポリシラン化合物及び高分子樹脂化合

ロビレン、ポリ塩化ビニル、ポリエチレンテレフタレート、アクリル樹脂等）や、導電性粒子（例えば、カーボンブラック、銀粒子等）を適当なバインダー樹脂と共にプラスチック又は金属基板上に被覆した支持体あるいは導電性粒子をプラスチックや紙に含浸した支持体等を用いることができる。

本発明の電子写真感光体においては、導電性支持体と感光層の中間に、バリアー機能と接着機能をもつ下引層を設けることもできる。

下引層はカゼイン、ポリビニルアルコール、ニトロセルロース、ポリアミド（ナイロン 6、ナイロン 66、ナイロン 610、共重合ナイロン、アルコキシメチル化ナイロン等）、ポリウレタン、酸化アルミニウム等によって形成できる。

下引層の膜厚は  $5 \mu\text{m}$  以下、好ましくは  $0.1 \sim 3 \mu\text{m}$  が適当である。

本発明の電子写真感光体は電子写真複写機に利用するのみならず、レーザービームプリンター、CRT プリンター、LED プリンター、液晶プリ

ンター、レーザー製版等の電子写真応用分野にも広く用いることができる。

#### (実施例)

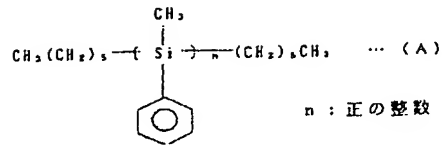
以下、実施例及び比較例に従って本発明をさらに詳しく説明する。

#### 実施例 1

アルミニウム基板を用意した。次に、クロロアルミニウムフタロシアニン（10重量部（以下、部））、ポリビニルブチラール5部をMEK90部に加え、ボールミルで2時間分散し、ワイヤーバーでアルミニウム基板の上に塗布し、乾燥後、 $200 \text{ mg/m}^2$ の電荷発生層を設けた。

次に下記の構造式(A)を有し、数平均分子量23000のポリシラン化合物5部及び数平均分子量98000であって溶解パラメーター $\delta$ の値が9.37であるポリスチレン（溶解パラメーター $\delta$ の値：9.0）5部をトルエン（溶解パラメーター $\delta$ の値：8.9）に溶解し、得られた液体を前記電荷発生層上にワイヤーバーで塗布し、乾燥して膜厚 $18 \mu\text{m}$ のポリシラン含有層を形成して感

光体No.1を得た。



この電子写真感光体を川口電機細製、静電複写紙試験装置 Model SP-428を用いてスタック方式で $-5 \text{ kV}$ でコロナ帯電し、暗所で1秒間保持した後、照度2.5ルクスで露光し、帯電特性を調べた。さらに強露光（照度20ルクス・秒）後の残留電位を調べた。

帯電特性としては、表面電位(V。)と1秒間暗減衰させた時の電位(V<sub>1</sub>)を1/2に減衰するに必要な露光量(E1/2)を測定した。また、残留電位V<sub>sl</sub>を測定した。

さらに、前記感光体をキャノン製PPC複写機ND-3825の感光ドラム用シリンダーに貼り付けて、同機で1万枚複写を行い、1万枚複写後、SP428で残留電位V<sub>sl</sub>の変動を測定した。

これらの結果を表1に示した。

また、初期の膜厚及び1万枚複写後の膜厚も表1に示した。

#### 比較例 1

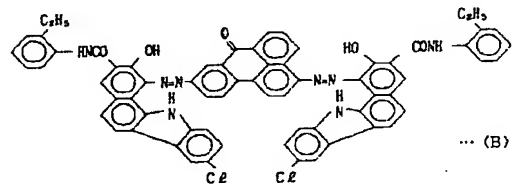
ポリシラン含有層中にポリスチレンを含まないこと以外は、実施例1と全く同様な感光体を作成し比較感光体No.1とした。

また、実施例1と同様な評価を行い、結果を表1に示した。

#### 実施例 2~4

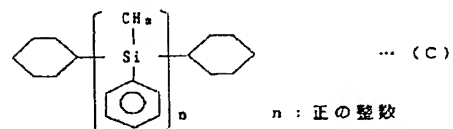
基体として $\phi 80$ のアルミニウムシリンダーを用意した。下引層として、ポリアミド樹脂（6-66-610-12、四元ナイロン共重合体）1部及び8ナイロン樹脂（メトキシメチル化6ナイロン）3部を、メタノール50部とブタノール40部から成る溶剤に溶解させて塗工液を得、浸漬塗布方法で乾燥後 $0.5 \mu\text{m}$ の下引層を基体上に形成した。

次に、下記の構造式(B)を有するジスアゾ顔料10部、



及びポリビニルブチラール5部をシクロヘキサノン100部に加えボールミルで2時間分散し、メチルエチルケトンと適宜希釈し電荷発生層塗布液とし、下引層上に浸漬塗布方法で乾燥後膜厚 $180 \text{ mg/m}^2$ になるように塗布し、電荷発生層を形成した。

次に、下記の構造式(C)を有し、数平均分子量が28000であるポリシラン化合物（溶解パラメーター $\delta$ の値：9.37）4部、



及びポリメタクリル酸メチル（数平均分子量98000、溶解パラメーター $\delta$ の値：9.3）1

部、4部、16部のそれぞれをトルエンに溶解させ、同溶剤で適宜希釈し、塗布液として浸漬塗布方法で電荷発生層上に塗布し、乾燥後膜厚18  $\mu\text{m}$ のポリシラン含有層を形成し、感光体を得た。得られた感光体は、ポリメタクリル酸メチル1部、4部、16部のものであり、これらの感光体を感光体No. 2, No. 3, No. 4とした。

得られたNo. 2～4の感光体のそれぞれを、キヤノン製複写機NP 3825に蒸着し、暗部電位( $V_d$ ) 650Vに設定した時の明部電位( $V_l$ ) が150Vになるのに必要な露光量( $\text{lux} \cdot \text{sec}$ ) を求めた(E 4500V)。また、実際の複写を1万枚実施し、その時の $V_d$ ,  $V_l$ の変化も求めた。さらに初期の膜厚及び1万枚複写後の膜厚の変化も求め、これらを表2に示した。

#### 比較例2～4

ポリシラン含有層中のポリメタクリル酸メチルの混合部数をそれぞれ0部、0.5部、2.0部とした以外は、実施例2～5と同様にして感光体を作成し、それぞれ順に比較感光体No. 2, No. 3, No. 4

得られた感光体はポリカーボネート1部、4部、16部のものであり、これらの感光体を感光体No. 5, No. 6, No. 7とした。これら感光体について実施例2～4の場合と同様にして評価し、その結果を表2に示した。

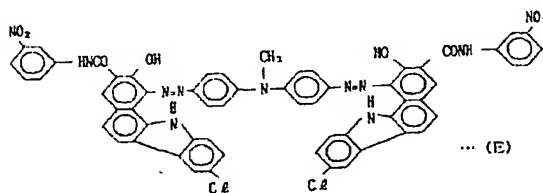
#### 比較例5～7

ポリシラン含有層中、ポリカーボネートの混合部数がそれぞれ0部、0.5部、2.0部とした以外は、実施例5～7と同様にして感光体を得、それぞれ順に比較感光体No. 5, No. 6, No. 7とした。

これらの感光体について、実施例2～4と同様にして評価し、その結果を表2に示した。

#### 実施例8

下引層までは実施例2～4と同様にして行った。次に、下記構造式(E)を有するジスアゾ顔料2部、

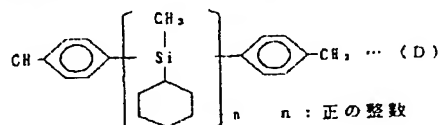


とした。

これらの比較感光体のそれぞれについて、実施例2～4の場合と同様にして評価し、結果を表2に示した。

#### 実施例5～7

電荷発生層までは実施例2～4の場合と同様にして行い、その後は、下記構造式(D)を有し、数平均分子量が18000であるポリシラン化合物(溶解パラメーター $\delta$ の値: 8.3)を4部、



及びビスフェノールZ型ポリカーボネート(数平均分子量22000、溶解パラメーター $\delta$ の値: 8.2)1部、4部、16部のそれぞれを、トルエン/ジクロロメタン、1/1混合比の溶剤に溶解させ、同溶剤で適宜希釈し、塗布液として浸漬塗布方法で電荷発生層上に塗布し、乾燥後膜厚25  $\mu\text{m}$ のポリシラン含有層を形成し、感光体を得た。

ポリ酢酸ビニル(数平均分子量30000、溶解パラメーター $\delta$ の値: 9.4)5部をトルエン70部に加え、ボールミルで4時間分散し、この分散液に実施例1で用いたのと同じポリシラン化合物5部を加え塗布液とし、浸漬塗布方法で下引層上に乾燥後膜厚20  $\mu\text{m}$ の感光層を形成し感光体とした。この感光体をキヤノン製複写機NP-3825に装着し、 $V_d$  - 650Vの時、 $V_l$  が - 150Vとなるようにした時の露光量を測定したところ、3.5  $\text{lux} \cdot \text{sec}$ であり、1万枚複写後の電位の変動はなく、優れた特性を示した。

#### 比較例8～9

感光層中のポリシラン化合物の量を、1部、17部と変化させた以外は、実施例8と同様にして感光体を作成し、実施例8と同様の評価をした。

その結果、ポリシラン化合物1部のものは、1万枚複写後の $V_l$  が - 280Vと変動して、画像上の地カブリとなっていた。

また、ポリシラン化合物17部のものは5千枚の複写で感光層の割れにより複写不能となった。

表 1

	$V_0$ (-V)	$V_1$ (-V)	$E \frac{1}{2}$ ( $\mu\text{ur} \cdot \text{sec}$ )	初 期 $V_{1/2}$ (-V)	10000枚後 $V_{1/2}$ (-V)	切 断 厚 ( $\mu\text{m}$ )	10000枚後 切 断 厚 ( $\mu\text{m}$ )
感光体 1	720	700	1.0	5	5	18	16
比較感光体 No. 1	760	700	1.0	0	5	18	3

表 2

	$E \Delta 500 \text{ V}$ ( $\mu\text{ur} \cdot \text{sec}$ )	30000枚後 $V_1$ (-V)	30000枚後 $V_1$ (-V)	切 断 厚 ( $\mu\text{m}$ )	30000枚後 切 断 厚 ( $\mu\text{m}$ )
感光体 No. 2	2.2	610	160	18	13
3	2.6	665	160	"	15
4	3.2	680	180	"	16
5	2.5	660	165	"	15
6	3.0	680	170	"	16
7	3.8	690	195	"	17
比較感光体			照度減少により $E \Delta 500 \text{ V}$ とせず	"	5
2	2.2	280	"	"	7
3	2.2	500	"	"	16
4	6.4	660	230	"	5
5	2.4	310	照度減少により $E \Delta 500 \text{ V}$ とせず	"	8
6	2.5	430	"	"	17
7	7.1	560	265	"	

(発明の効果の概略)

実施例及び比較例から明らかなように、単独で感光層に用いた場合、優れた電子写真特性を示すポリシラン化合物であるが、実際の複写機に装着した場合、機械強度不足により、耐久性が劣る。しかし、本発明によれば、電子写真特性を損なうことなく十分な機械強度をポリシラン含有感光体に付与することが可能である。これは、溶解パラメーター (SP値) がポリシラン化合物のものに極めて近い値を有する高分子樹脂化合物を相溶せせとめることにより可能となる。

特 許 出 願 人    キヤノン株式会社  
代理人    弁理士    荻 上   登 規

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**